

ОДНОСТАДИЙНЫЙ СИНТЕЗ ЙОДНИТРОПРОИЗВОДНЫХ БЕНЗОЛА И ДИФЕНИЛА

А. Н. НОВИКОВ, А. М. СЕДОВ

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Из литературы известно, что *n*-йоднитробензол может быть синтезирован различными методами. Его получали действием на йодбензол дымящей H_2SO_4 и окислов азота [1]; из *n*-нитроанилина посредством диазотирования с последующим действием йодистым калием [2].

4-йод-4'-нитродифенил приготовлен из дифенила многостадийным синтезом посредством нитрования, восстановления, диазотирования с последующей заменой диазогруппы на йод [3].

Недостатками этих способов являются применение кислот высокой концентрации, многостадийность, незначительные выходы йоднитропродуктов.

В настоящей работе излагаются результаты изыскания одностадийных способов получения *n*-йоднитробензола и 4-йод-4'-нитродифенила. Предлагаемый способ основан на одновременном действии йода и серноазотной смеси на бензол и дифенил.

Экспериментальная часть

Синтез *n*-йоднитробензола.

В круглодонную 3-горлую колбу загружали: 8,9 мл бензола, 12,7 г тонкорастертого йода и 20 мл ледяной уксусной кислоты. При температуре 110°C (температура глицериновой бани) добавляли в течение 1 часа по каплям серноазотную смесь, состоящую из 12,2 мл азотной *d* 1,4 и 27 мл серной *d* 1,83—1,84 кислот. После прибавления серноазотной смеси перемешивание продолжали еще 0,6 часа. Затем реакционную массу разбавляли водой, выпавший осадок отфильтровывали, промывали водой, высушивали и перекристаллизовывали из бензола. Выход *n*-йоднитробензола 9,9 г (40%). $T_{\text{пл}} = 171^\circ\text{C}$. Качественная реакция на йод и азот положительная.

Синтез 4-йод-4'-нитродифенила.

15,4 г дифенила, 12,7 г тонкорастертого йода и 50 мл ледяной уксусной кислоты вносили в колбу. При температуре 80°C и механическом перемешивании в колбу постепенно в течение 1,5 часа добавляли смесь 10,8 мл азотной кислоты *d* 1,4 и 27 мл серной кислоты *d* 1,83—1,84. После прибавления нитрующей смеси через 0,5 часа синтез заканчивается. Затем реакционную массу разбавляли водой, осадок отфильтровывали, промывали водой и перекристаллизовывали из толуола. Выход 4-йод-4'-нитродифенила — 16,2 г (50%). $T_{\text{пл}} = 211—212^\circ\text{C}$. Качественная реакция на йод и азот положительная.

Выводы

Получены в одну стадию *n*-йоднитробензол с выходом 40% и 4-йод-4'-нитродифенил с выходом 50% при действии непосредственно на бензол и дифенил йода и серноазотной смеси (азотная кислота d 1,4, серная кислота d 1,83—1,84).

ЛИТЕРАТУРА

1. R. L. Datta, P. S. Varma, I. Am. Chem. Soc., **41**, 2047 (1919).
2. Montagne, Ber., **51**, 1489 (1918).
3. R. Belcher и др. I. Chem. Soc., 1334 (1953).